

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

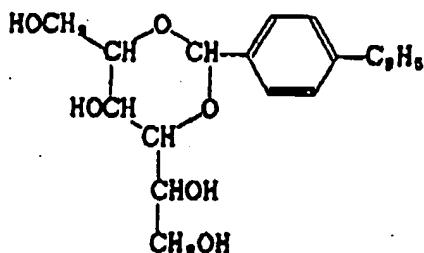
IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(3)

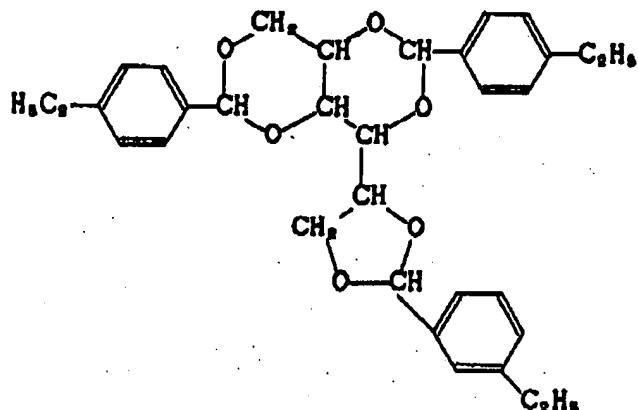
特公 昭 61-17834

5



6

* また、ソルビトール1モルに対して2.2モルを越えた割合でP-エチルベンズアルデヒドを加えた場合には、下記の化学構造式を有するトリス(P-エチルベンジリデン)ソルビトールが高割合で含有されてくるため、



仕込み割合が低過ぎる場合と同様に純度の高いビス(P-エチルベンジリデン)ソルビトールが得られ難くなり収率も低下する。従って、ソルビトール1モルに対してP-エチルベンズアルデヒドの使用割合は1.6~2.2モル、好ましくは1.8~2.0モルである。また、本発明に用いる水と共沸する有機溶媒としては、ソルビトールおよびP-エチルベンズアルデヒドと反応性を有しない溶媒、たとえばベンゼン、トルエン、キシレン、シクロヘキサン、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン、1,2-ジクロロプロパン、1-クロロブタン、1-クロル-2-メチルプロパン、1,2-ジメチルシエタン、クロルベンゼン、イソブロピルエーテルなどから選択できるが、ビス(P-エチルベンジリデン)ソルビトールを高純度かつ高収率で得るために、好ましくはベンゼン、シクロヘキサンが良い。

本発明の方法に用いられる酸触媒としては、通常用いられる硫酸、塩酸、硝酸などの無機酸またはP-トルエンスルфон酸などの公知の酸触媒をソルビトールに対して0.1~5重量%添加する。また、本発明の方法に使用するpH7.1~8.0の微アルカリ性の水溶液とは、水に微量のアルカリ性物質を溶解させたものであり、使用するアルカリ

リ性物質としては、通常用いられる水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、重炭酸ナトリウム、重炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムなどから選択できる。

25 本発明の方法において、ソルビトールとP-エチルベンズアルデヒドとの脱水縮合反応は、生成する縮合水を水と共沸する有機溶媒で還流させながら反応系外に誘導し、所定量の生成水を反応系外に留去させるまで行なう。生成水を留去させた30 時点でpH7.1~9.0の微アルカリ性の水溶液を反応に使用した酸触媒を中和し、反応液がpH7.0~8.0になるように加える。その添加量は、反応に用いた水と共沸する有機溶媒をすべて共沸混合物として留去させ得るに足る量である。この際、反応液35 をpH7.0~9.0に保つのは、酸性またはpHが9.0を越えたアリカリ性になつた状態で共沸混合物を留去するまで加熱すると、ビス(P-エチルベンジリデン)ソルビトールの加水分解が起ることが避けられず、ビス(P-エチルベンジリデン)ソルビトールの収率が低くなるとともにビス(P-エチルベンジリデン)ソルビトールの純度が低くなるためである。かくして、水と共沸する有機溶媒がほとんど留出した時点で、有機溶媒と混合してゲル状態であつたビス(P-エチルベンジリデン)

(4)

特公 昭 61-17834

ソルビトールが粉末化して水に浮遊した状態となり、これを通常の沪過により粉末固体を分離すれば白色の高純度のビス（P-エチルベンジリデン）ソルビトールを高収率で得ることができる。

次に、実施例により本発明を詳述するが、例中 5 に示す部はすべて重量部を表わす。

実施例 1

かきませの良いカイ型かきませ機、温度計および上部に還流冷却器を備えた液々分離器を付した 2 ℥容の反応フラスコに、ソルビトール38.3部 (0.2モル)、P-エチルベンズアルデヒド53.7部 (0.4モル)、ベンゼン720mlおよびP-トルエンスルファン酸0.38部を加えた。強くかきませながら湯浴で加熱して還流温度まで加熱を強め、6時間反応を続け、生成した水を液々分離器に集めた。ついで、還流冷却器および液々分離器を取りはずし、リーピッヒ型の冷却器を付したのち、重炭酸ソーダ1.0部を水500部に溶解させた水溶液を反応器に加えたのち加熱を続けてベンゼンと水を共沸させて留出させた。このときの水層液のPHは 7.5~8.0であった。ベンゼンがほぼ完全に留出する直前に粉末化した固体が遊離して浮遊した。次いで、反応液を沪過し、乾燥して白色のビス（P-エチルベンジリデン）ソルビトール68部を得た。融点213~219

8 ルベンジリデン）ソルビトール71部を得た。融点 215~218°C、元素分析値は C : 69.65重量% (計算値69.54重量%)、H : 7.37重量% (計算値7.29重量%) であつた (P-エチルベンズアルデヒドをベースとした収率86モル%)。

実施例 2

実施例1に使用したベンゼン720mlのかわりにシクロヘキサン800ml、P-トルエンスルファン酸0.38部のかわりに濃硫酸0.30部を用いる以外は 10 実施例1と全く同様にして脱水縮合の反応を行つたのち、炭酸ソーダ1.0部を水500部に溶解させた水溶液を反応器に加え、加熱を続けてシクロヘキサンと水を共沸させて留出させた。

このときの水層液のPHは8.0~8.5であつた。シ 15 クロヘキサンがほぼ完全に留出する直前に粉末化した固体が遊離して浮遊した。次いで、反応液を沪過し、乾燥して白色のビス（P-エチルベンジリデン）ソルビトール68部を得た。融点213~219°C、元素分析値 C : 69.77重量% (計算値69.54重量%)、H : 7.43重量% (計算値7.29重量%) であつた (P-エチルベンズアルデヒドをベースとした収率83モル%)。